(12)特 許 公 報 (B2)

(11)特許番号

## 第2793773号

(45)発行日 平成10年(1998) 9月3日

(24)登録日 平成10年(1998)6月19日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記 <del>号</del>	F I	
C23C 14/06		C23C 14/06	Н
B23B 27/14		B23B 27/14	A
B23P 15/28		B23P 15/28	A
C23C 14/32		C23C 14/32	В
			請求項の数4 (全6頁)
(21)出願番号	特願平6-100154	(73)特許権者	596091392
			神鋼コベルコツール株式会社
(22) 出願日	平成6年(1994)5月13日		兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池179-
			1
(65)公開番号	特開平7-310174	(72)発明者	田中 裕介
(43)公開日	平成7年(1995)11月28日	\\	兵庫県明石市魚住町金ケ崎西大池179番
審査請求日	平成8年(1996)1月23日		1 株式会社神戸製鋼所 明石工場内
		(72)発明者	山田 保之
			兵庫県明石市魚住町金ケ崎西大池179番
			1 株式会社神戸製鋼所 明石工場内
		(72)発明者	大西 泰司
			兵庫県明石市魚住町金ケ崎西大池179番
			1 株式会社神戸製鋼所 明石工場内
		(74)代理人	弁理士 小谷 悦司 (外2名)
		審査官	三宅 正之
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】耐摩耗性に優れた硬質皮膜、硬質皮膜被覆工具及び硬質皮膜被覆部材

(57)【特許請求の範囲】

(A1x Tii-x-y Siy) (Nz Ci-z) 但し、O. O5≦x≦O. 75 0.  $0.1 \le y \le 0.1$  $0. \quad 6 \le z \le 1$ 

で示される化学組成からなることを特徴とする耐摩耗性 に優れた硬質皮膜。

【請求項2】 皮膜の厚さが0. $1\sim20~\mu\,\mathrm{m}$ である請 求項1記載の硬質皮膜。

【請求項3】 請求項1または2記載の硬質皮膜を、ア 10 ーク放電方式イオンプレーティング法により基材表面に 形成してなることを特徴とする耐摩耗性に優れた硬質皮 膜被覆工具。

【請求項4】 請求項1または2記載の硬質皮膜を、ア <u>ーク放電方式イオンプレーティング法により基材表面に</u>

【請求項1】 基材表面に形成される皮膜であって、

形成してなることを特徴とする耐摩耗性に優れた硬質皮 膜被覆部材。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、フライス加工,切削加 工, 穿孔加工等の加工に使用される切削工具の表面被覆 材、或は金型、軸受け、ダイス、ロールなど高硬度が要 求される耐摩耗部材の表面被覆材、もしくは成形機用ス クリューやシリンダ等の耐熱・耐食部材の表面被覆材と して有用な硬質皮膜、及び該硬質皮膜を被覆することに

よって優れた耐摩耗性を発揮する硬質皮膜被覆工具及び 硬質皮膜被覆部材に関するものである。

【従来の技術】高速度工具や超硬合金工具など高い耐塵 耗性が要求される切削工具は、工具の基材表面にTiN やTiC等の硬質皮膜を形成することにより耐摩耗性の 向上が図られている。上記TiNとTiCの耐摩耗性を 比較すると、TiNは高温域における耐酸化性の点でT i Cより優れており、切削時の加工熱や摩擦熱によって 生じる工具すくい面のクレータ摩耗に対して耐摩耗性を 発揮する。しかもTiNは母材との密着性にも優れてい る。一方TiCはTiNより硬度が高く、被削材と接す る逃げ面のフランク摩耗に対して高い耐久性を有してい しかしながら耐酸化性に優れたTiNであっても酸 化開始温度は600℃程度であり、また高い硬度を有す るTiCであってもそのビッカース硬さは2000程度 であり、耐摩耗性の一層の改善が望まれていた。

【0003】そこで例えば特開平2-194159に は、TiNやTiCの耐酸化性や硬度の向上を目的とし て、Tiの一部をA1に置換したA1, Tiの複合窒化 物や複合炭窒化物 [以下(Al, Ti)(C, N)と示 す〕が開示されており、酸化開始温度は約800℃、ビ ッカース硬さは約2500kg/mm² という特性を示 す硬質皮膜が開発されている。但し一層の高能率化が要 求されている切削加工などの分野では、より優れた耐摩 耗性を有する硬質皮膜の開発が期待されていた。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明はこうした事情 に着目してなされたものであって、TiN皮膜の有する 母材密着性を損なうことなく、(A1, Ti) (C, N)より耐酸化性に優れしかも高硬度を有して優れた耐 摩耗性を発揮する硬質皮膜を提供することを目的とする ものである。

[0005]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成し得た本 発明に係る耐摩耗性に優れた硬質皮膜とは、基材表面に 形成される皮膜であって、

(Al Ti - x - y Si , ) (Nz C1-z)

但し、0.05≦x≦0.75

0.  $0.1 \le y \le 0.1$  $0. \quad 6 \le z \le 1$ 

で示される化学組成からなることを要旨とするものであ

【0006】尚上記硬質皮膜の厚さは0. 1~20 μ m にすることが好ましく、また上記硬質皮膜を、アーク放 電方式イオンプレーティング法により基材表面に形成す れば耐摩耗性に優れた硬質皮膜被覆工具及び硬質皮膜被 覆部材を得ることができる。

[0007]

耗性をより一層向上させることを目的として、耐摩耗性 向上に有効な添加元素を検索した結果、(Al, Ti) (C, N) にSiを微量含有させた炭・窒化物は硬度が 高く、しかも酸化開始温度も高くなることを見出し、硬 質皮膜の組成が(Al x Ti - x - y Si , ) (N z C - z ) で示される化学式において0.05≦x≦0.75, 0. 01≦y≦0.1,0.6≦z≦1を満足する場合 は、高硬度で耐酸化性の良好な硬質皮膜となり優れた耐 摩耗性を発揮することを突き止め、本発明を完成させ た。

【0008】さらに本発明に係る硬質皮膜はTiNの有 する優れた基材密着性も損なうことがないので、金型や 工具および耐摩耗部材等の基材表面に適用した場合も剥 離の問題が生じず、皮膜の耐摩耗性を十分発揮する硬質 皮膜被覆工具及び硬質皮膜被覆部材を得ることができ

【0009】尚本発明の硬質皮膜が従来の皮膜に比べて 優れた耐摩耗性を発揮する理由としては十分に解明され たわけではないが、Siを第3の金属元素として含有さ せることにより高温時におこる Tiの酸化を抑制した り、A1酸化物からなる保護皮膜を著しく緻密化するか らであると考えられる。

【0010】本発明の硬質皮膜を構成する金属元素の組 成は、(Alx Tin-x-, Si,)においてx, yが夫 々 0. 0 5  $\leq$  x  $\leq$  0. 7 5, 0. 0 1  $\leq$  y  $\leq$  0. 1 とい う条件式を満足することが必要である。 x の値が 0.0 5未満であるか、または∨の値が 0.01未満では十分 な耐酸化性の向上効果を得ることができない。またxの 値が0.75を超えるか、またはyの値が0.1を超え ると皮膜の結晶構造が立方晶から六方晶へ変化してしま い、皮膜硬さが低下して十分な耐摩耗性が得られない。 なお、xの下限値としてはO.25が好ましく、O.5 6以上であることがより望ましい。 x の上限値としては 0. 75が好ましく、0. 7以下であることがより望ま しい。 y の下限値としては O. O 1 が好ましく、 O. O 2以上であることがより望ましい。 yの上限値としては 0. 08が好ましく、0. 05以下であることがより望 ましい。

【0011】また本発明は上記金属元素の窒化物であっ ても炭・窒化物であっても優れた耐摩耗性を発揮する が、炭・窒化物の場合、窒素の原子比率が60%以上で あることが必要である。即ちN2 C1-2 で 0. 6 ≤ z ≤ 1を満足することが必要であり、zの値が0.6未満の 場合は皮膜の耐酸化性が低下してしまう。尚、zの値が 0. 8以上であると耐酸化性がより良好となる。

【0012】基材に被覆する場合の硬質皮膜の厚さとし ては、0.1μm以上20μm以下であることが好まし い。Ο. 1μm未満であると耐摩耗性が十分発揮でき ず、一方20μmを超えると衝撃力によって硬質皮膜に 【作用】本発明者らは(A1, Ti) (C, N)の耐摩 50 クラックが入ることがあり、望ましくない。なお、切削 5

工具に適用する場合、工具基材本来の切れ刃の特性を生かし且つ優れた耐摩耗性を得るには、硬質皮膜の厚さを好ましくは $1\mu$ m以上、更に好ましくは $2\mu$ m以上、また上限について $12\mu$ m以下、更に好ましくは、 $8\mu$ m以下が望まれる。また本発明は硬質皮膜を形成する基材の材質を限定するものではないが、基材表面に密着性よく被覆し、優れた耐摩耗性を発揮させるためには超硬合金や高速度工具鋼、ダイス鋼、サーメット、セラミック等の硬質物質が適している。

【0013】尚本発明に係る硬質皮膜を基材表面に形成 10 する方法としては、イオンプレーティング法やスパッタ リング法等に代表されるPVD法が挙げられるが、例え ばアーク放電式イオンプレーティング法を採用する場合 には以下に例示する方法を用いればよい。即ち、アーク 放電により蒸発源であるカソードからイオン化させたA 1, TiおよびSiの金属成分を、N: 雰囲気および/ またはCH、雰囲気中でイオンプレーティングすること によって得ることができ、目的とする皮膜組成と同一金 属組成のターゲットを使用すれば、安定した組成の皮膜 が得られ易い。また基板にバイアス電位を印加すると、 皮膜の密着性を一段と高めることができるので好まし い。尚、本発明はイオンプレーティング時のガス圧も特 に限定するものではないが、 $1 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}$  T o r r 程度が好ましく、この範囲内であれば耐摩耗性の 一段と優れた高結晶性の緻密な硬質皮膜が得られ易い。

【0014】以下実施例について説明するが、本発明は

下記の実施例に限定されるものではなく、前・後記の趣旨に徴して適宜変更することは本発明の技術的範囲に含まれる。

6

[0015]

【実施例】

## 実施例 1

皮膜の耐酸化性を調べるため、寸法7mm×25mmの 白金箔からなる基材をアーク放電方式イオンプレーティ ング装置に装着して400℃に加熱し、表1に示す種々 の組成のカソードから金属元素を蒸発させると共に、反 応ガスとしてN。ガスあるいはN。/CH。混合ガスを 導入して7×10<sup>3</sup>Torrの雰囲気とし、且つ基材に -150Vの電位を印加することによって表1に示す種 々の組成の皮膜を5μmの厚さで被覆した試験片を作製

【0016】電子プルーブX線マイクロアナリシスおよびオージェ電子分光法により皮膜の組成を求めると共に、下記条件で酸化試験を行った。結果は表1に示す。(酸化試験の条件)

20 温度範囲:室温~1300℃ 昇温速度:10℃/min

雰囲気 : 乾燥空気、大気圧

空気流量:150cc/min 【0017】

【表1】

1478年来週刊について記引するが、本先列は						
No.	カソード材質	反応ガス	皮 膜 組 成	酸化開始温度 (℃)	硬 さ (Hv)	備考
. 1	A1 <sub>0.6</sub> Ti <sub>0.4</sub>	N <sub>2</sub>	(Al <sub>0.6</sub> Ti <sub>0.4</sub> ) N	820	2720	()4-tr (D)
2	A1 <sub>0.69</sub> Ti <sub>0.30</sub> Si <sub>0.005</sub>	N <sub>2</sub>	(Al <sub>0.7</sub> Ti <sub>0.29</sub> Si <sub>0.007</sub> ) N	820	2480	従来例
з	A 1 0.59 T i 0.4 S i 0.01	N <sub>2</sub>	(A1 <sub>0.6</sub> Ti <sub>0.39</sub> Si <sub>0.01</sub> ) N	910	3040	
4	Al <sub>0.59</sub> Ti <sub>0.4</sub> Si <sub>0.01</sub>	N2/CH4	(A1 <sub>0.6</sub> Ti <sub>0.38</sub> Si <sub>0.01</sub> ) (N <sub>0.8</sub> C <sub>0.2</sub> )	870	3180	実
5	Al <sub>0.57</sub> Ti <sub>0.38</sub> Si <sub>0.05</sub>	N <sub>2</sub>	(A1 <sub>0.57</sub> Ti <sub>0.38</sub> Si <sub>0.05</sub> ) N	1020	2950	施
6	A 1 0.57 T i 0.38 S i 0.05	N <sub>2</sub> /CH <sub>4</sub>	$(A1_{0.57}Ti_{0.38}Si_{0.05})(N_{0.9}C_{0.1})$	950	3060	15年1
7	A1 0.54 T i 0.36 S i 0.1	N <sub>2</sub>	(Al <sub>0.54</sub> Ti <sub>0.36</sub> Si <sub>0.1</sub> )N	1100	2750	
8	A1 <sub>0.48</sub> Ti <sub>0.32</sub> Si <sub>0.2</sub>	N <sub>2</sub>	(A1 <sub>0.5</sub> Ti <sub>0.3</sub> Si <sub>0.2</sub> ) N	1120	1900	比較例

【0018】表1から明らかなように、従来例の(A1, Ti)N皮膜(No. 1)は、820℃で酸化が開始するのに対し、本発明に係る硬質皮膜(No. 3  $\sim$  7) の酸化開始温度はいずれも870℃以上であり、耐酸化性が向上している。No. 2はSi量が少ない場合の比較例であり、酸化開始温度が低く耐酸化性の向上が認められ

【0019】実施例2

ない。

基材として超硬チップを用い、皮膜の厚みを10μmに 50

する以外は、実施例 1 と同じ方法で試験片を作製した。 試験片に形成された皮膜のマイクロビッカース硬さを荷 重 100 g で測定したところ、表 1 に併記する結果が得 られた。表 1 より明らかなように、本発明に係る皮膜 (No.  $3\sim7$ ) は従来例である(A 1, T i) N皮膜 (No. 1) と比較してより高い硬度を示している。一 方、No. 8 はS i 量が多過ぎる場合の比較例であり、 皮膜の結晶構造が立方晶から六方晶へ変化している為、 皮膜硬さが著しく低下している。 【0020】実施例3

超硬合金を基材として外径  $10 \, \mathrm{mm}$   $02 \, \mathrm{th}$   $2 \, \mathrm{th}$ 

【0021】得られた硬質皮膜被覆エンドミルを用いて、下記条件の切削試験を行ない、エンドミル切れ刃逃げ面の摩耗量を測定した。結果は表2および図1に示

す。

in)

(切削条件)

切削方法:側面切削ダウンカット

被削材 : SKD11 (硬さHB219) 切込み : Rd 1mm×Ad 10mm

切削速度:60m/min

送り : 0. 07mm/tooth(270mm/m

8

切削油 :エアーブロー

切削長 : 20m 【0022】

【表2】

No.	成膜方法	皮膜組成	逃げ面摩耗量 (mm)	備考
1	アーク放電方式IP法	(A1 <sub>0.6</sub> Ti <sub>0.4</sub> ) N	0.056	
2	るつぼ蒸着方式IP法	Ti (N <sub>0.8</sub> C <sub>0.2</sub> )	0.140	従来例
з	アーク放電方式IP法	(A1 <sub>0.6</sub> Ti <sub>0.39</sub> Si <sub>0.01</sub> ) N	0.038	
4	アーク放電方式IP法	(A 1 <sub>0.58</sub> T i <sub>0.39</sub> S i <sub>0.03</sub> ) N	0.032	実
5	アーク放電方式IP法	(A 1 0.57 T i 0.38 S i 0.05) N	0.039	施
6	アーク放電方式IP法	(A1 <sub>0.54</sub> Ti <sub>0.36</sub> Si <sub>0.1</sub> ) N	0.047	例
7	アーク放電方式IP法	(A1 <sub>0.5</sub> Ti <sub>0.3</sub> Si <sub>0.2</sub> ) N	0.210	比較例

【0023】表2および図1の結果から明らかなように、本発明に係る硬質皮膜被覆エンドミル(No.3~6)は、従来例(No.1,2)と比較して逃げ面摩耗 30量が少なくフランク摩耗に対する耐摩耗性が優れている。No.7はSi量が多過ぎる場合の比較例であり、逃げ面摩耗量が多く、耐摩耗性が十分でない。

【0024】<u>実施例4</u>

JIS規格SKH51相当の高速度工具鋼を基材として外径10mmのJIS規格ドリルを作製し、実施例3と同じ方法でドリル刃部表面に表3に組成を示す硬質皮膜を形成した。

【0025】得られた硬質皮膜被覆ドリルを用いて、下

記条件の切削試験を行ない切削寿命を調べた。結果は表 3に示す。

30 (切削条件)

切削方法: 穴明け加工、各5本切削

被削材 : S 5 5 C (硬さHB 2 2 0)

切削速度:30m/min 送り:0.15mm/rev

切削長さ:30mm (貫通穴)

切削油 :水溶性エマルジョン型切削油

【0026】 【表3】

	•			
No.	成膜方法	皮膜組成	平均穴明け 個数	備考
1	アーク放電方式IP法	(A1 <sub>0.6</sub> Ti <sub>0.4</sub> ) N	638	At at mi
2	るつぼ蒸着方式IP法	Ti (N <sub>0.8</sub> C <sub>0.2</sub> )	322	→ 従来例 
3	アーク放電方式IP法	(A1 <sub>0.6</sub> Ti <sub>0.39</sub> Si <sub>0.01</sub> ) N	755	-
4	アーク放電方式IP法	(A1 <sub>0.58</sub> Ti <sub>0.39</sub> Si <sub>0.03</sub> ) N	988	実
5	アーク放電方式IP法	(A1 <sub>0.57</sub> Ti <sub>0.38</sub> Si <sub>0.05</sub> ) N	866	施
6	アーク放電方式IP法	(A1 <sub>0.54</sub> Ti <sub>0.36</sub> Si <sub>0.1</sub> ) N	792	- (5N)
7	アーク放電方式 I P法	(A1 <sub>0.5</sub> Ti <sub>0.3</sub> Si <sub>0.2</sub> ) N	180	比較例

【0027】表3の結果から明らかなように、本発明に 係る硬質皮膜被覆ドリル(No. 3~6)は、従来例 (No. 1, 2) と比較して平均穴明け個数が多く切削 寿命が長い。No. 7はSi量が多過ぎる場合の比較例 であり、平均穴明け個数が少なく、切削寿命が短い。

【0028】<u>実施例5</u>

JIS規格SKD61相当の金型材を用いて、寸法40 × 2 0×5 mmの基材 (No. 1~3) を作製し、夫々 の基材に実施例1と同様の方法で厚さ5μmの硬質皮膜 を形成した。表4に示すとおり、No. 1の基材にはT

iN皮膜を形成し、No. 2の基材には(Alas Ti 。。) N皮膜を形成し、No. 3の基材には (Alo.ss Tions Sions) N皮膜を形成し、下記の条件で熱サ イクル試験を行ない耐久性を調査した。結果は表4に示 す。

10

(熱サイクル試験条件)

高温槽:800℃ - 保持時間:110秒 一 保持時間: 10秒 低温槽: 水冷

[0029]

【表4】

		<del> </del>			
	符号	皮膜組成	クラック発生のサイクル数	備考	
	1	TiN	150	従来例	
	2	(A1 <sub>0.5</sub> Ti <sub>0.5</sub> ) N	635	10.24(19)	
	3	(A1 <sub>0.58</sub> Ti <sub>0.39</sub> Si <sub>0.03</sub> ) N	960	実施例	

【0030】表4の結果から明らかな通り、本発明に係 る硬質皮膜 (No. 3) は従来例の硬質皮膜 (No. 1, 2)と比較して熱サイクルに対しても優れた特性を 示す。

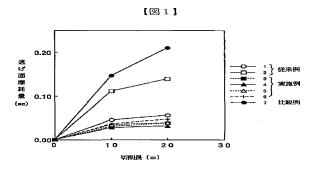
[0031]

【発明の効果】本発明は以上の様に構成されており、従 来のTiN皮膜や(Ti, Al) N皮膜と比較しても優 40

れた耐摩耗性および耐酸化性を示す硬質皮膜が得られる こととなり、さらに上記硬質皮膜を部材表面に被覆する ことにより優れた耐摩耗性及び耐酸化性を発揮する高硬 度部材が提供できることとなった。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例で得た表面被覆工具の逃げ面摩耗量と切 削長の関係を表すグラフである。



フロントページの続き

特開 平5-92304 (JP, A) 特開 平4-224104 (JP, A) 特開 平2-194159 (JP, A) (56)参考文献

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>6</sup>, DB名) C23C 14/00 - 14/58